

枫香脂鲜料干燥方式的研究

龙小艳^{1,3} 吕盼³ 聂晶³ 陈莹^{1,3} 向阳² 黄志军²

(1 武汉理工大学,武汉,430070; 2 健民药业集团股份有限公司,武汉,430052; 3 湖北省药品监督检验研究院,武汉,430075)

摘要 目的:研究并选定枫香脂鲜料的干燥方式。方法:对枫香脂鲜料分别采用 60 ℃ 烘干法、阴干法、冷冻干燥法、加辅料分散干燥法、蒸馏干燥法 5 种方法进行干燥,基于水蒸气蒸馏-气质联用(SD-GC-MS)技术,比较不同干燥方法制备样品中挥发性成分的差异,结合《中华人民共和国药典》2015 年版标准中对枫香脂质量标准的要求,对不同干燥方法制备的样品质量进行评价。结果:蒸馏干燥样品中挥发性成分种类最多;不同干燥方法制备的样品挥发性成分组成存在较大差异,蒸馏干燥方法样品符合《中华人民共和国药典》2015 年版质量标准要求。结论:提示蒸馏干燥方法工艺稳定,易于大生产,值得深入研究和进一步推广。

关键词 枫香脂;干燥方法;SD-GC-MS;挥发性成分

Study on Drying Method of Resina Liquidambaris Fresh Material

Long Xiaoyan^{1,3}, Lyu Pan³, Nie Jing³, Chen Ying^{1,3}, Xiang Yang², Huang Zhijun²

(1 Wuhan University of Technology, Wuhan 430070, China; 2 Jianmin Pharmaceutical Groups Co. Ltd., Wuhan 430052, China; 3 Hubei Institute for Drug Control, Wuhan 430075, China)

Abstract Objective: To study and select the drying method of fresh material of Resina Liquidambaris. **Methods:** The fresh Resina Liquidambaris was dried by 60 ℃ drying method, shade-drying method, freeze-drying method, auxiliary dispersion drying method and distillation drying method. Based on steam distillation-gas chromatography-mass spectrometry (SD-GC-MS) technology, the difference of volatile components in different dry preparation samples was compared. Combined with the requirements of the Chinese Pharmacopoeia 2015 edition standard for the quality standard of Resina Liquidambaris, the quality of samples prepared by different drying methods was evaluated. **Results:** The dried samples by distillation drying method had the most volatile components. The composition of the volatile components of the samples prepared by different drying methods was quite different. The samples of the distillation drying method met the requirements of the 2015 edition of the Chinese Pharmacopoeia. **Conclusion:** It is suggested that the distillation drying method is stable and easy to produce, which is worthy of further research and further promotion.

Key Words Resina Liquidambaris; Drying method; SD-GC-MS; Volatile component

中图分类号:R283.3 文献标识码:A doi:10.3969/j.issn.1673-7202.2018.08.048

枫香脂味辛、微苦,性平,归肺、脾经,具有活血止痛、解毒生肌的功效^[1],为金缕梅科植物枫香树 *Liquidambar formosana* Hance 的干燥树脂,为小金胶囊、小金丸等药品的重要组成部分。多制成丸剂、片剂、胶囊剂入药。

枫香脂使用均需固体粉碎,而鲜料为液态^[2],主要成分为树脂、树胶等无定形有机物和挥发油,受热变软,不易干燥。《中华人民共和国药典》2015 年版^[5]记载枫香脂干燥方法为阴干,研究采用阴干方法,观察 2 年,性状不能达到《中华人民共和国药典》2015 年版样品性状项下要求。目前药材市场上枫香脂常常掺杂较多。课题组前期采集了 4 个产地的 13 批枫香脂鲜料和市场上 6 个产地的 15 批枫香脂商品进行挥发性成分 SD-GC-MS 分析,结果鲜料质量一致性较好,而市场上流通的枫香脂商品质量参

差不齐,表明干燥方法对枫香脂的成分有很大影响。目前,未见有关枫香脂干燥方法的研究报道。

干燥的方式包括自然干燥、烘干和现代干燥技术如冷冻干燥和微波干燥^[6],而含树胶的天然植物不适合使用微波干燥方法干燥^[7]。故本实验对枫香脂鲜料分别采用 60 ℃ 烘干法、阴干法、冷冻干燥法、加辅料分散干燥法、蒸馏干燥法 5 种方法进行干燥,基于水蒸气蒸馏-气质联用法(SD-GC-MS)技术,比较不同干燥方法的样品中挥发性成分的差异,结合《中华人民共和国药典》2015 年版标准中对枫香脂质量标准的要求,对不同干燥方法制备的样品质量进行评价。

1 材料

1.1 仪器 7890B-7000CGC-MS 联用仪(美国 Agilent 公司),FD53 强制对流烘箱(德国 BINDER 公

基金项目:国家中医药管理局中药标准化行动计划(ZYBZH-C-HUB-20)

作者简介:龙小艳(1992.09—),女,硕士研究生,研究方向:中药学研究,E-mail:2541016811@qq.com

通信作者:黄志军(1972.09—),男,副教授,硕士研究生导师,研究方向:天然药物活性成份研究,Tel:(027)84520229,E-mail:452354589@qq.com

司),FD 系列冷冻干燥机(上海田枫实业有线公司),XP204 千分之一天平(梅物勒-托利多仪器有限公司),不锈钢盘,蒸馏釜自制。乙酸乙酯(色谱纯,默克公司),纯化水自制;其余试剂均为分析纯。

1.2 材料 枫香脂鲜料来自广西枫香脂基地,根据本草考证及有关文献专著记载情况,确定为金缕梅科植物枫香树 *Liquidambar formosana Hance* 的新鲜树脂。

2 方法与结果

2.1 不同枫香脂鲜料干燥方法样品的制备 1)枫香脂鲜料烘干品(烘干品):枫香脂鲜料放置厚度约1 cm,烘箱中60 ℃干燥,连续观察1周。2)枫香脂鲜料阴干品(阴干品):枫香脂鲜料放置厚度约5 cm,室温干燥2年。3)枫香脂鲜料冷冻干燥品(冷冻干燥品):枫香脂鲜料放置厚度约1 cm,-50 ℃预冻8 h,冷冻干燥机中真空度0.1 MPa,冷阱温度-50 ℃,干燥48 h。4)枫香脂鲜料加辅料分散干燥品

(加辅料分散干燥品):向枫香脂鲜料中添加10%微晶纤维素混合均匀,放置厚度约1 cm,室温干燥48 h。5)枫香脂鲜料蒸馏干燥品(蒸馏干燥品):取枫香脂鲜料加入蒸馏釜中180 ℃蒸馏至接液口无液体流出,220 ℃敞口浓缩4 h,放冷至70 ℃,添加1%的挥发油后混匀,放冷即得。

2.2 气相色谱-质谱分析条件

2.2.1 气相色谱条件 进样口温度:280 ℃;检测器280 ℃;载气为N2,流速为1.3 mL/min;分流比:100:1;进样量1 μL;程序升温:初始温度60 ℃以5 ℃/min升至100 ℃,保留3 min;以3 ℃/min升至108 ℃,保留4 min;以4 ℃/min升至130 ℃;以10 ℃/min升至230 ℃,保留8 min。

2.2.2 质谱条件 离子源:EI源;离子源温度:250 ℃;电离电压:70 ev;四级杆温度:150 ℃;溶剂延迟:3.0 min;扫描模式:全扫描;质量扫描范围m/z:50~500 mAU。

表1 枫香脂挥发性成分的化学组成

序号	保留时间 (min)	化合物名称	分子式	相对百分含量(%)					
				鲜料	烘干品	阴干品	冷冻干燥品	加辅料干燥品	蒸馏干燥品
1	3.2	3-蒎烯 3-Carene	C ₁₀ H ₁₆	22.46	11.77	10.37	17.25	0.13	-
2	3.834	3-甲基-6-(1-甲基乙亚基)环己烯 Cyclohexene,3-methyl-6-(1-methylethylidene)-	C ₁₀ H ₁₆	-	-	-	-	0.63	-
3	4.135	2-甲基二环[4.3.0]壬-1(6)-烯 2-Methylbicyclo[4.3.0]non-1(6)-ene	C ₁₀ H ₁₆	3.54	6.12	1.58	5.73	0.00	0.00
4	5.091	4-亚甲基-1-(1-甲基乙基)-环己烯 Cyclohexene,4-methylene-1-(1-methylethyl)-	C ₁₀ H ₁₆	14.70	-	4.44	11.60	0.98	-
5	5.113	桉烯 Bicyclo[3.1.0]hexane,4-methylene-1-(1-methylethyl)-	C ₁₀ H ₁₆	-	6.81	4.32	0.52	-	-
6	5.288	2-茨醇 endo-Borneol	C ₁₀ H ₁₈ O	-	-	-	-	1.32	6.26
7	5.471	1-亚甲基-4-(1-甲基乙基基)环己烷 Cyclohexane,1-methylene-4-(1-methylethenyl)-	C ₁₀ H ₁₆	0.34	-	0.26	-	-	-
8	5.542	4-萜烯醇 Terpinen-4-ol	C ₁₀ H ₁₈ O	-	-	-	-	0.95	0.37
9	5.846	δ-杜松烯 .alpha.-Terpineol	C ₁₀ H ₁₈ O	-	-	-	-	0.46	0.52
10	5.956	(-)-桃金娘烯醛(香桃木醛) Bicyclo[3.1.1]hept-2-ene-2-carboxaldehyde,6,6-dimethyl-	C ₁₀ H ₁₄ O	-	-	-	-	0.19	-
11	6.264	(2E,4E)-3,7-二甲基-2,4-辛二烯(2E,4E)-3,7-Dimethyl-2,4-octadiene	C ₁₀ H ₁₈	0.28	-	0.11	0.36	-	-
12	6.725	3-苯丙醇 3-Phenylpropanol	C ₉ H ₁₂ O	-	-	-	-	-	1.52
13	7.977	乙酸冰片酯 Bornyl acetate	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	-	-	-	-	-	1.12
14	7.285	D-柠檬烯 D-Limonene	C ₁₀ H ₁₆	1.94	0.90	0.82	1.64	-	-
15	8.86	1,3,8-p-Menthatriene	C ₁₀ H ₁₈ O	-	-	-	0.36	-	-
16	8.86	P-伞花烃 Benzene,1-methyl-3-(1-methylethyl)-	C ₁₀ H ₁₄	0.43	-	0.23	-	-	-
17	9.093	7-亚甲基-2,4,4-三甲基-2-乙烯基-二环[4.3.0]壬烷 Bicyclo[4.3.0]non-ane,7-methylene-2,4,4-trimethyl-2-vinyl-	C ₁₅ H ₂₄	-	-	-	-	-	4.34
18	10.505	α-蒎烯 .alfa.-Copaene	C ₁₅ H ₂₄	-	-	-	-	0.63	8.37
19	11.636	异-石竹烯 Isocaryophyllene	C ₁₅ H ₂₄	-	-	-	-	-	4.07
20	12.399	10,10-二甲基-2,6-二甲甲基二环[7.2.0]十一烷 10,10-Dimethyl-2,6-dimethylenebicyclo[7.2.0]undecane	C ₁₅ H ₂₄	-	-	-	-	-	1.93
21	12.568	7-亚甲基-2,4,4-三甲基-2-乙烯基-二环[4.3.0]壬烷 2,6,10,10-Tetramethylbicyclo[7.2.0]undeca-2,6-diene	C ₁₅ H ₂₄	-	-	-	-	-	6.31
22	12.948	石竹烯-(II) Caryophyllene-(II)	C ₁₅ H ₂₄	-	-	-	-	-	2.82
23	13.193	Guaia-1(10),11-diene	C ₁₅ H ₂₄	-	-	-	-	-	5.71
24	13.337	2-epi-.alpha.-Funebrene	C ₁₅ H ₂₄	-	-	-	-	-	1.93
25	13.455	5-Hydroxy-6-methoxy-8-[(4-amino-1-methylbutyl)amino]quinoline trihydrobromide	C ₁₅ H ₂₄	-	-	-	-	-	2.43
26	15.476	β-蒎烯 .beta.-copaene	C ₁₅ H ₂₄	-	-	-	-	-	1.11

续表 1 枫香脂挥发性成分的化学组成

序号	保留时间 (min)	化合物名称	分子式	相对百分含量(%)					
				鲜料	烘干品	阴干品	冷冻干燥品	加辅料干燥品	蒸馏干燥品
27	15. 856	β-杜松烯 beta-Cadinene	C ₁₅ H ₂₄	—	—	—	—	1. 32	—
28	16. 364	. alpha. -Calacorene	C ₁₅ H ₂₀	—	—	—	—	—	0. 57
29	16. 897	(1. α, 2. β, 5. α)-2-甲基-5-(1-甲基乙基)-双环[3. 1. 0]己烷-2-醇 Bicyclo[3. 1. 0] hexan-2-ol, 2-methyl-5-(1-methylethyl)-, (1. alpha. , 2. beta. , 5. alpha.)-	C ₁₀ H ₁₈ O	0. 17	—	0	—	—	—
30	17. 028	左旋樟脑 Bicyclo[2. 2. 1]heptan-2-one, 1, 7, 7-trimethyl-, (1S)-	C ₁₀ H ₁₆ O	0. 60	0. 89	2. 36	0. 82	7. 91	1. 84
31	17. 513	氧化石竹烯 Caryophyllene oxide	C ₁₅ H ₂₄ O	—	—	—	—	1. 04	—
32	17. 766	1, 3, 3-三甲基三环[2. 2. 1. 02, 6]庚烷 Tricyclo[2. 2. 1. 0(2, 6)]heptane, 1, 3, 3-trimethyl-	C ₁₀ H ₁₄ O	—	—	—	0. 21	—	—
33	18. 545	α-菖蒲醇 . alpha. -acorenol	C ₁₅ H ₂₆ O	—	—	—	—	0. 15	—
34	19. 686	[1R-(1α, 4β), 4a. β, 8a. β]-1, 2, 3, 4, 4a, 7, 8, 8a-八氢-1, 6-二甲基-4-(1-甲基乙基)-1-萘酚 1-Naphthalenol, 1, 2, 3, 4, 4a, 7, 8, 8a-octahydro-1, 6-dimethyl-4-(1-methylethyl)-, [1R-(1. alpha. , 4a. beta. , 4a. beta. , 8a. beta.)]-	C ₁₅ H ₂₆ O	—	—	0. 12	—	—	6. 00
35	20. 655	萆澄茄油烯 Cubenene	C ₁₅ H ₂₄	—	0. 57	—	—	—	—
36	20. 656	(1S, 4S, 4AS)-1-异丙基-4, 7-二甲基桥-1, 2, 3, 4, 4a, 5-六氢萘(1S, 4S, 4aS)-1-Isopropyl-4, 7-dimethyl-1, 2, 3, 4, 4a, 5-hexahydronaphthalene	C ₁₅ H ₂₄	0. 87	2. 96	0. 13	—	—	—
37	20. 677	α-萆澄茄油烯 . alpha. -Cubebene	C ₁₅ H ₂₄	—	—	0. 29	0. 41	0. 68	—
38	21. 188	左旋乙酸冰片酯 Bicyclo[2. 2. 1]heptan-2-ol, 1, 7, 7-trimethyl-, acetate, (1S-endo)-	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	2. 39	—	3. 68	1. 82	7. 82	—
39	21. 34	(+)-环苜蓿烯 1, 2, 4-Metheno-1H-indene, octahydro-1, 7a-dimethyl-5-(1-methylethyl)-, [1S-(1. alpha. , 2. alpha. , 3a. beta. , 4. alpha. , 5. alpha. , 7a. beta. , 8S*)]-	C ₁₅ H ₂₄	0. 18	—	0	—	0. 24	—
40	21. 351	(1R, 4aS, 8aR)-1-异丙基-4, 7-二甲基-1, 2, 4a, 5, 6, 8a-六氢萘(1R, 4aS, 8aR)-1-Isopropyl-4, 7-dimethyl-1, 2, 4a, 5, 6, 8a-hexahydronaphthalene	C ₁₅ H ₂₄	—	—	—	0. 23	—	—
41	21. 546	反式-1, 2二苯乙烯(E)-Stilbene	C ₁₄ H ₁₂	—	—	—	—	—	0. 34
42	22. 274	2, 6-吡啶二甲酰胺 2, 6-pyridinedicarboxamide	C ₇ H ₇ N ₃ O ₂	—	0. 29	—	—	—	—
43	23. 925	表二环倍半水芹烯(+)-epi-Bicyclosesquiphellandrene	C ₁₅ H ₂₄	0. 70	—	0. 39	—	6. 39	—
44	26. 662	2-亚甲基-4, 8, 8-三甲基-4-乙烯基-双环[5. 2. 0]壬烷 Bicyclo[5. 2. 0]nonane, 2-methylene-4, 8, 8-trimethyl-4-vinyl-	C ₁₅ H ₂₄	36. 12	49. 97	30. 37	43. 79	53. 38	8. 51
45	27. 205	对(1R, 2S, 6S, 7S, 8S)-8-异丙基-1-甲基-3-亚甲基三环[4. 4. 0. 02, 7]癸烷(1R, 2S, 6S, 7S, 8S)-8-Isopropyl-1-methyl-3-methylenetricyclo[4. 4. 0. 02, 7]decane-rel-	C ₁₅ H ₂₄	2. 20	5. 40	4. 23	3. 83	2. 89	—
46	28. 58	肉桂酸冰片酯 2-Propenoic acid, 3-phenyl-, 1, 7, 7-trimethylbicyclo[2. 2. 1]hept-2-yl ester, endo-	C ₁₉ H ₂₄ O ₂	—	—	—	—	0. 63	0. 97
47	30. 692	1, 5, 9, 9-四甲基-, Z, Z, Z-1, 4, 7-环-十一碳三烯 1, 4, 7, - Cycloundecatriene, 1, 5, 9, 9-tetramethyl-, Z, Z, Z-	C ₁₅ H ₂₄	0. 49	—	0. 94	—	0. 96	—
48	30. 713	葎草烯 Humulene	C ₁₅ H ₂₄	—	0. 59	0. 27	0. 49	—	—
49	33. 385	(1. α, 4a. β, 8a. α)1, 2, 3, 4, 4a, 5, 6, 8a-八氢-7-甲基-4-亚甲基-1-(1-甲基乙基)-萘 Naphthalene, 1, 2, 3, 4, 4a, 5, 6, 8a-octahydro-7-methyl-4-methylene-1-(1-methylethyl)-, (1. alpha. , 4a. beta. , 8a. alpha.)-	C ₁₅ H ₂₄	0. 50	—	0	—	—	—
50	33. 776	(3S, 3AR, 3BR, 4S, 7R, 7AR)-4-异丙基-3, 7-二甲基八氢-1H-环戊烯并[1, 3]环丙并[1, 2]基苯-3-醇(3S, 3aR, 3bR, 4S, 7R, 7aR)-4-Isopropyl-3, 7-dimethyloctahydro-1H-cyclopenta[1, 3]cyclopropa[1, 2]benzen-3-ol	C ₁₅ H ₂₆ O	0. 36	—	1. 23	—	0. 35	2. 21
51	35. 525	cis-muurola-3, 5-diene	C ₁₅ H ₂₄	—	0. 56	—	1. 14	—	—
52	35. 873	α-葎草烯 . alpha. -Muurolene	C ₁₅ H ₂₄	0. 91	1. 30	2. 83	1. 04	1. 46	7. 31
53	37. 947	δ-杜松烯 Naphthalene, 1, 2, 3, 5, 6, 8a-hexahydro-4, 7-dimethyl-1-(1-methylethyl)-, (1S-cis)-	C ₁₅ H ₂₄	2. 13	—	4. 37	0. 79	0. 77	7. 92
54	45. 3	4-亚甲基-2, 8, 8-三甲基-2-乙烯基-双环[5. 2. 0]壬烷 Bicyclo[5. 2. 0]nonane, 4-methylene-2, 8, 8-trimethyl-2-vinyl-	C ₁₅ H ₂₄ O	—	—	—	0. 43	—	—
55	45. 311	1, 4-Methanocycloocta[d]pyridazine, 1, 4, 4a, 5, 6, 9, 10, 10a-octahydro-11, 11-dimethyl-, (1. alpha. , 4. alpha. , 4a. alpha. , 10a. alpha.)-	C ₁₃ H ₂₀ N ₂	—	0. 72	0. 87	—	—	—
56	47. 385	(3S)-1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8-八氢化-3, 8-四甲基-5-奥甲醇乙酸酯 5-Azulene-methanol, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8-octahydro-. alpha. , . alpha. , 3, 8-tetramethyl-, acetate, [3S-(3. alpha. , 5a. alpha. , 8a. alpha.)]-	C ₁₇ H ₂₈ O ₂	—	0. 86	1. 32	0. 42	—	—
57	47. 386	(1R, 3aS, 8aS)-7-异丙基-1, 4-二甲基-1, 2, 3, 3a, 6, 8a-六氢萘(1R, 3aS, 8aS)-7-Isopropyl-1, 4-dimethyl-1, 2, 3, 3a, 6, 8a-hexahydroazulene	C ₁₅ H ₂₄	0. 53	—	0. 23	—	—	—
58	48. 983	γ-依兰烯 . gamma. -Muurolene	C ₁₅ H ₂₄	3. 03	4. 83	4. 33	2. 73	1. 83	2. 23

2. 3 枫香脂鲜料及其不同干燥品的挥发油测定

分析枫香脂鲜料及干燥样品中挥发性成分,得到各

挥发性成分的总离子流图,通过 NIST14 谱库检索定性(相似度大于 80%),采用峰面积归一化法进行分析,得出各化学成分在挥发性成分的相对质量分数。见表 1。通过 SD-GC-MS 分析,从枫香脂鲜料不同干燥品共鉴定出 58 种化合物,其中枫香脂鲜料、阴干品、烘干品、冷冻干燥品、加辅料分散干燥品、蒸馏干燥品挥发油中分别鉴定出化合物 22、16、17、21、25、26 种。与枫香脂鲜料比较,烘干品中新增化合物 8 种,阴干品中新增化合物 6 种,冷冻干燥品中新增化合物 9 种,加辅料分散干燥品中新增化合物 11 种,而蒸馏干燥品中新增化合物最多,达 19 种。枫香脂鲜料经不同干燥方法干燥后,单萜类成分均呈下降趋势;加辅料分散干燥后倍半萜类成分的量上升,蒸馏干燥后脂肪族类成分的量明显增加。

2.4 枫香脂鲜料干燥样品质量评价 对不同干燥方法样品进行性状观察,结果烘干品、阴干品、冷冻干燥品呈稠膏状,加辅料干燥品呈粉末状,蒸馏干燥品呈黄棕色不规则块状;不同干燥方法样品的减压失重率在 1.08%~1.21%,差异很小;冷冻干燥品挥发油含量最高,为 6.48%~7.31%,烘干品为 4.45%~5.02%,加辅料干燥品为 2.23%~3.12%,阴干品为 2.51%~2.61%,蒸馏干燥品最低,为 1.26%~1.48%。从挥发油种类、组成及符合《中华人民共和国药典》2015 年版标准质量规定的角度,提示选定蒸馏干燥为枫香脂鲜料的最佳干燥方法有一定的合理性。

2.5 验证试验 称取枫香脂鲜料 3 份,按照蒸馏干燥的方法进行验证,结果所得到的枫香脂成品均为透明或半透明的不规则块状固体。挥发油平均含量为 1.36%,*RSD* 为 1.56% ($n=3$);减压干燥失重率小于 2.0%,*RSD* 为 0.88% ($n=3$)。

3 讨论

本实验在枫香脂鲜料及干燥品挥发性成分中鉴定出的 β -石竹烯,在 5 种干燥样品中的相对质量分数均最大, β -石竹烯具有局麻、抗炎、选择性的抑制环氧合酶 COX-2 的作用^[8-9];3-蒎烯在枫香脂鲜料中比例为 22%,经过干燥后比例大幅减少,经报道该化合物具有强烈的松木香气味,对眼睛和呼吸系统具有刺激作用^[10]; α -蒎烯、樟脑等经过干燥后比例明显增加,樟脑有醒神、开窍、清热、止痛等功效^[11]。 α -蒎烯具有抗菌作用^[12],其在蒸馏干燥品含量最高;3-苯丙醇成分为苯基醇类利胆药,口服后能减轻腹胀、腹痛、恶心等症状^[13],反式-1,2 二苯乙烯成分能够抑制过氧化脂质的作用^[14],二者均为蒸

馏干燥品的独有成分。枫香脂鲜料干燥前后挥发性成分的组成及含量变化与其功效变化及其药性改变密切相关。通过本实验并结合文献,发现枫香脂鲜料经过不同干燥方法干燥后,有刺激性作用的挥发性成分均减小,蒸馏干燥品中有止痛药效作用的挥发性成分增加。

《中华人民共和国药典》2015 年版收载枫香脂阴干品种并规定含挥发油不得少于 1.0%,经检测发现枫香脂挥发油含量高于 1.5% 时,不满足打粉要求,故宜将枫香脂挥发油含量控制在 1.0%~1.5%。采用蒸馏干燥方法将枫香脂鲜料 220℃ 煎煮 4 h 后,挥发油含量约为 0.3%,故待浸膏温度降为 70℃ 时,添加 1% 的挥发油,混匀放冷。本试验比较烘干方法、阴干方法、冷冻干燥方法、加辅料分散干燥方法、蒸馏干燥方法制备样品中挥发性成分的差异,结合《中华人民共和国药典》2015 年版标准对样品质量进行评价,蒸馏干燥方法工艺稳定,易于大生产,为枫香脂鲜料干燥工艺的建立提供了科学依据,进一步保障和提高了国家中医药管理局中药标准化品种小金胶囊(0.35 g/粒)(健民集团生产)的质量。

参考文献

- [1] 赵国平,戴慎,陈仁寿. 中药大辞典[M]. 上海:上海科学技术出版社,2006:1822.
- [2] 曾韬,宋晓,曾诚,等. 枫脂的采集方法[P]. CN: 102090300, 2011.
- [3] 曾巨红,陈冲,陈久林,等. 陈皮、枫香脂、没药、木香挥发油对人高转移卵巢癌细胞 HO-8910PM 体外增殖影响的研究[J]. 上海中医药杂志,2017,51(3):84-87.
- [4] 李建明,宋清宏,耿洪亚,等. 阴干对枫香脂中挥发油成分的影响[J]. 中成药,2014,36(4):813-818.
- [5] 中国药典. 一部[S]. 2015:206.
- [6] 桑迎迎,周国燕,王爱民,等. 中药材干燥技术研究进展[J]. 中成药,2010,32(12):2140-2144.
- [7] 詹娟娟,伍振峰,尚悦,等. 中药浸膏干燥工艺现状及存在的问题分析[J]. 中草药,2017,48(12):2365-2370.
- [8] 刘晓宇,陈旭冰,陈光勇. β -石竹烯及其衍生物的生物活性与合成研究进展[J]. 林产化学与工业,2012,32(1):104-110.
- [9] Wu SJ, Zhao T, Qin YQ. Chemical constituents of modern Chinese herbal medicine[M]. Beijing: China Medical Science and Technology Press, 2002:654-743.
- [10] 何丽芝,王婧,赵振东,等. 3-蒎烯资源及其生物活性应用研究进展[J]. 林产化学与工业,2011,31(3):122-126.
- [11] 肖丹. 顶空固相微萃取技术的应用与展望[J]. 中国卫生工程学,2015(1):88-92.
- [12] 蔡爱华,赵志国,陈海珊,等. 枫香与缺萼枫香果实挥发性成分的 GC-MS 分析[J]. 桂林理工大学学报,2012,32(2):245-249.
- [13] 吴红兵,邓意辉,张玲玲,等. 苯丙醇- β -环糊精包合物的制备[J]. 中国药学杂志,2006,41(8):600-603.
- [14] 金英善,玄永浩,王明铉. 桑根活性成分反式二苯乙烯抗糖尿病作用研究[J]. 扬州大学学报,2009,30(1):18-21.